STANDAR NASIONAL INDONESIA

SNI 0767 - 1989 - A
SII - 0933 - 1984
UDC 677.494.675

CARA IDENTIFIKASI ZAT WARNA PADA SERAT POLIAMIDA (NILON)

DEWAN STANDARDISASI NASIONAL - DSN

DAFTAR ISI

Halaman

1. RUANG LINGKUP 1

2. KLASIFIKASI 1

3. CARA UJI 1
3.1 Prinsip 1
3.2 Bahan 2
3.3 Pereaksi 2
3.4 Peralatan 2
3.5 Persiapan Cara Uji 2
3.6 Prosedur 3
3.7 Laporan 10

CARA IDENTIFIKASI ZAT WARNA PADA SERAT POLIAMIDA (NILON)

1. RUANG LINGKUP

1.1 Standar ini meliputi klasifikasi dan cara identifikasi zat warna pada serat poliamida (nilon)

1.2 Jenis-jenis zat warna yang dapat diidentifikasi dalam standar ini adalah :

1) Zat warna bejana
2) Zat warna dispersi
3) Zat warna kompleks logam (pencelupan netral)
4) Zat warna dispersi reaktif
5) Zat warna naftoat (azoat)
6) Zat warna krom
7) Zat warna kompleks logam (pencelupan asam)
8) Zat warna direk
9) Zat warna basa
10) Zat warna asam

2. KLASIFIKASI

Dalam cara identifikasi pada serat poliamida, zat warna digolongkan menjadi dua golongan :

2.1 Zat warna golongan I adalah zat-zat warna yang larut dalam pelarut organik toluena.
Yang termasuk zat warna golongan I adalah beberapa zat warna bejana, semua zat warna dispersi, beberapa zat warna kompleks logam (pencelupan netral) beberapa zat warna dispersi reaktif dan semua zat warna naftoat

2.2 Zat warna golongan II adalah zat-zat warna yang mudah larut dalam pelarut air.
Yang termasuk zat warna golongan II adalah beberapa zat warna kompleks logam (pencelupan netral), semua zat warna krom, semua zat warna kompleks logam (pencelupan asam), semua zat warna asam, semua zat warna basa, semua zat warna direk.

3. CARA UJI

3.1 Prinsip

Contoh uji dilunturkan warnanya dengan pereaksi tertentu dan terhadap larutan ekstraksinya diamati daya celup untuk karakteristik khusus lainnya. Cara identifikasi zat warna pada serat poliamida secara keseluruhan tercantum pada lampiran A1 dan A2.

3.2 Bahan

1. Bahan asetat putih
2. Bahan kapas putih tanpa pemutih optik
3. Bahan wol putih
4. Bahan poliamida putih
5. Bahan poliakrilat putih
6. Atau "Kain uji aneka serat" (multifibre test fabric) yang mengandung serat tersebut di atas.

3.3 Pereaksi

1. Alkohol
2. Asam asetat, larutan 10%
3. Asam asetat glasial
4. Asam format, larutan 85 %
5. Asam klorida pekat
6. Aseton
7. Dimetil formamida
8. Natrium bikromat
9. Natrium hidroksida, larutan 10 %
10. Natrium hidrosulfit
11. Natrium hipoklorit, larutan 5 %
12. Natrium karbonat, padat
13. Natrium karbonat, larutan 0,20 %
14. Natrium nitrat padat
15. Piridina-air 57-43 (titik didih 95°C)
16. Propanol
17. Sabun netral
18. Seng formaldehida-sulfoksilat
19. Sikloheksanon
20. Toluena
21. Orto-klorofenol
22. Amonium klorida
23. Amonia pekat.

3.4 Peralatan

1. Cawan porselin
2. Corong pemisah
3. Lampu ultra lembayung
4. Kertas saring
5. Penangas air atau penangas uap
6. Tabung reaksi 35 ml.

3.5 Persiapan Cara Uji

Sebelum pengujian identifikasi zat warna dilakukan, disarankan untuk melakukan identifikasi serat pada contoh uji menurut $\frac{\text{SNI 0264–1989–A}}{\text{SII 0092–1975}}$, *Cara Identifikasi Serat-serat pada Bahan-bahan Tekstil.*

Keterangan :

Nilon jenis 6, nilon jenis 66 dan nilon jenis 11 dapat dibedakan dengan cara sebagai berikut : nilon 11 larut dalam sikloheksana, nilon 6 dan nilon 66 tidak larut. Campuran 75% dimetil formamida dan 25 % asam format larutan 85% melarutkan nilon 6, tetapi tidak melarutkan nilon 66.

3.6 Prosedur

3.6.1 Cara uji pendahuluan

Sebelum identifikasi tiap-tiap jenis zat warna dilakukan, pada contoh uji dilakukan beberapa pengerjaan untuk mengetahui sifat-sifat umum zat warna yang mewarnai bahan tekstil sebagai berikut.

3.6.1.1 Uji pencucian

1. Masukkan ke dalam tabung reaksi
   Contoh uji sebanyak 200 — 300 mg. Tambahkan 10 — 15 ml larutan 0,5 % sabun netral dan 0,2 % natrium karbonat.
2. Panaskan tabung reaksi di dalam gelas piala yang berisi air mendidih selama 15 — 30 menit. Kemudian keluarkan tabung reaksi dari gelas piala, dan keluarkan contoh uji dari tabung reaksi. Semua golongan zat warna luntur pada uji pencucian, kecuali zat warna bejana dan zat warna naftoat tidak luntur atau luntur sedikit.
3. Pindahkan setengah bagian larutan pencuci ke dalam tabung reaksi lain. Ke dalam tabung reaksi yang satu tambahkan 1 — 2 ml asam asetat glasial.
4. Masukkan ke dalam kedua tabung reaksi tersebut masing-masing bahan asetat putih, kapas putih wol putih, poliamida putih, dan poliakrilat putih, atau kain uji aneka serat.
5. Keluarkan bahan-bahan tersebut dari tabung reaksi dan cuci
6. Amati jenis bahan yang tercelup.

3.6.1.2 Uji abu

1. Untuk identifikasi logam, masukkan contoh uji sebanyak 250—300 mg ke dalam cawan porselin dan abukan. Kemudian tambahkan 200—300 mg manik karbonat yaitu hasil lelehan campuran bubuk natrium karbonat dan natrium nitrat sama berat.
2. Lelehkan campuran karbonat dan abu contoh uji, kemudian biarkan menjadi dingin.
3. Amati pewarnaan manik karbonat

Tabel I
Pewarnaan Manik Karbonat pada Uji Abu

Warna	Logam
Kuning	Krom
Biru	Kobal
Biru hijau pucat	Tembaga
Biru hijau	Manggan
Coklat	Nikel

3.6.1.3 Uji piridina

1. Masukkan ke dalam tabung reaksi 35 ml contoh uji sebanyak 200–300 mg, tambahkan 15 ml campuran piridina air 57 – 43 (titik didih 95°C).

2. Panaskan tabung reaksi di dalam gelas piala yang berisi air mendidih selama 15 – 30 menit di dalam ruang asam.

3. Dinginkan tabung reaksi dengan aliran air, keluarkan contoh uji dari tabung reaksi dan ekstraknya digunakan untuk pengujian lebih lanjut.

4. Semua golongan zat warna luntur banyak dalam pelarut piridina, kecuali untuk zat warna bejana, zat warna krom atau zat warna dispersi reaktif.

   Keterangan :
   Ketiga zat warna tersebut kadang-kadang luntur sedikit apabila proses pencelupan dan penyabunan kurang sempurna.

3.6.1.4 Uji toluena

1. Tuangkan ekstrak piridina pada 3.6.1.3 ke dalam corong pemisah, tambahkan 1 – 2 ml asam klorida pekat, kemudian tambahkan 15 ml toluena dan kocok.

2. Biarkan larutan tersebut sehingga timbul dua lapisan zat cair yaitu lapisan toluena dan lapisan air.

3. Zat warna yang terdapat dalam lapisan toluena adalah zat warna golongan I. Lakukan pengujian untuk zat warna yang terdapat dalam lapisan toluena menurut cara 3.6.2

4. Zat warna yang terdapat dalam air adalah zat warna golongan II. Lakukan pengujian zat warna yang terdapat dalam lapisan air menurut cara 3.6.3.

3.6.2 Cara uji zat warna golongan I

Zat warna golongan I tidak larut dalam air tetapi mudah larut dalam pelarut organik toluena.

3.6.2.1 Zat warna bejana

1. Amati hasil uji pencucian
   Zat warna bejana tidak luntur atau luntur sedikit sekali dalam uji pencucian. Dalam suasana asam maupun alkali, zat warna bejana tidak mencelup kembali semua jenis serat.
2. Amati hasil uji piridina
   Zat warna bejana tidak luntur atau luntur sedikit sekali dalam larutan campuran pridina dan air.
3. Amati hasil uji toluena
   Zat warna akan terdapat dalam lapisan toluena atau lapisan antar toluena air.
   Kemudian lakukan langkah-langkah sebagai berikut :

   — Tuangkan ekstrak toluena yang telah dipisahkan dari lapisan air ke dalam tabung reaksi.
   — Tambahkan seng formaldehida sulfoksilat dan asam asetat, kemudian dididihkan.
   — Keluarkan ekstrak larutan yang berubah warnanya dari tabung reaksi dan oksidasikan dengan larutan natrium bikromat dan asam asetat. Apabila warna contoh uji timbul kembali menunjukkan adanya zat warna bejana.

   Keterangan :
   Perubahan warna pada zat warna bejana biru karena reaksi reduksi tidak nyata.

3.6.2.2 Zat warna dispersi

1. Amati hasil uji pencucian
   Zat warna dispersi luntur sedikit pada pencucian. Dalam suasana asam maupun alkali akan mencelup kembali serat-serat poliamida, asetat, poliester dan poliakrilat.
2. Amati hasil uji piridina
   Zat warna dispersi luntur dengan cepat dalam larutan campuran pridina dan air.
3. Amati hasil uji toluena
   Zat warna dispersi akan terdapat dalam lapisan toluena.
   Kemudian lakukan langkah-langkah sebagai berikut.
   — Tuangkan ekstrak toluena ke dalam corong pemisah, keluarkan airnya dan cuci 5 — 6 kali sisa toluena dengan air 20 — 25 ml.
   — Pindahkan toluena yang telah dicuci ke dalam cawan porselin. Uapkan di atas penangas air atau penangas uap sampai hampir kering kira-kira tinggal 0,5 — 1 ml.
   — Tambahkan ke dalam cawan larutan zat pendispersi 10 %, 5 — 7 ml

air, kemudian pindahkan zat warna dispersi tersebut ke dalam tabung reaksi

— Masukkan bahan asetat sebanyak 10 — 15 mg; ke dalam tabung reaksi yang berisi zat warna dispersi tersebut dan didihkan. Apabila bahan asetat tercelup, menunjukkan zat warna dispersi.

3.6.2.3 Zat warna kompleks logam (pencelupan netral)

1. Amati hasil uji pencucian
   Zat warna kompleks logam (pencelupan netral) luntur banyak dalam uji pencucian. Dalam suasana asam mencelup kembali serat-serat poliamida dan wol dengan warna tua, dan serat poliakrilat dengan warna muda, dalam suasana alkali mencelup kembali serat-serat poliamida, sutera dan poliakrilat.
2. Amati hasil uji abu
   Zat warna kompleks logam (pencelupan netral) mengandung kobal, krom atau manggan.
3. Amati hasil uji piridina
   Zat warna kompleks logam (pencelupan netral) luntur banyak dalam larutan campuran piridina dan air
4. Amati hasil uji toluena
   Zat warna ini akan terdapat dalam lapisan toluena dan kadang-kadang mewarnai kedua lapisan toluena dan lapisan air.

Keterangan :

Zat warna kompleks logam (pencelupan netral) yang memenuhi hasil uji 3.6.2.3.1 dan 3.6.2.3.2 dan hanya mewarnai lapisan toluena adalah zat warna kompleks logam 1 : 2 tanpa gugus sulfon (pencelupan netral).
Beberapa zat warna kompleks logam tersebut yang mewarnai lapisan toluena dan lapisan air adalah zat warna kompleks logam 1 : 2 dengan sedikit gugus sulfon (pencelupan netral).

3.6.2.4 Zat warna dispersi reaktif

1. Amati hasil uji pencucian
   Zat warna dispersi reaktif pada umumnya tidak luntur. Apabila luntur (reaksi tidak sempurna), dalam suasana asam mencelup kembali serat poliamida dengan warna tua, dan serat-serat wol, sutera dan poliakrilat dengan warna muda, dalam suasana alkali mencelup kembali dengan warna muda atau menodai serat poliamida, wol, sutera dan poliakrilat.
2. Amati hasil uji piridina
   Zat warna dispersi reaktif luntur sedikit atau sedang dalam larutan campuran piridina dan air.
3. Amati hasil uji toluena
   Zat warna dispersi reaktif akan terdapat dalam lapisan toluena. Beberapa zat warna dispersi reaktif mewarnai lapisan air.

Kemudian lakukan langkah-langkah sebagai berikut :

– Tuangkan ekstrak toluena yang telah dipisahkan dari lapisan air sebanyak 300 mg ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan seng formaldehida sulfoksilat dan asam asetat. Semua zat warna reaktif akan rusak dengan cepat, kecuali zat warna reaktif biru akan tereduksi dan kembali kewarna asal apabila dioksidasi dengan natrium bikromat dan asam asetat.

– Masukkan ekstrak toluena sebanyak 300 mg ke dalam tabung reaksi 35 %, tambahkan 10 ml natrium hipoklorit 5 % klor aktip dan 2 ml asam asetat 10 %. Zat warna reaktif berubah dalam waktu 5 – 10 menit. Zat warna bejana dan naftoat tidak berubah warnanya.

– Masukkan ekstrak toluena sebanyak 300 mg ke dalam tabung reaksi 35 ml, larutan dengan ortoklorofenol. Tuangkan larutan ke dalam tabung reaksi yang telah berisi propanol. Apabila endapan dari nilon tetap berwarna, hal ini menunjukkan adanya zat warna dispersi reaktif.

3.6.2.5 Zat warna naftoat

1. Amati hasil uji pencucian
   Zat warna naftoat luntur sedikit atau sedang dalam uji pencucian. Dalam suasana asam dan alkali tidak mencelup kembali semua jenis serat atau hanya terjadi penodaan.

2. Amati hasil uji piridina
   Zat warna naftoat luntur sedikit dalam larutan campuran piridina dan air

3. Amati hasil uji toluena
   Zat warna naftoat akan terdapat dalam lapisan toluena

   – Tuangkan larutan ekstrak toluena ke dalam corong pemisah, tambahkan 15–20 ml toluena, pisahkan airnya dan cuci larutan toluena dua kali dengan 10 – 15 ml air.

   – Pindahkan toluena yang sudah dicuci ke dalam cawan porselin, dan uapkan sampai kering. Kemudian tambahkan 5 ml alkohol dan 1 ml larutan natrium hidroksida 10 % dan panaskan.

   – Pindahkan larutan ke dalam tabung reaksi, tambahkan 3 – 5 ml air, didihkan lagi sampai semua alkohol menguap. Kemudian tambahkan 10 – 20 mg natrium hidrosulfit dan didihkan lagi sampai zat warna tereduksi.

   – Tambahkan ke dalam larutan zat warna tereduksi 5 – 20 mg kapas putih dan 10 – 20 mg garam dapur. Didihkan larutan selama 1 – 2 menit, kemudian dinginkan.

   – Keluarkan kapas dari tabung reaksi dan letakkan di atas kertas saring. Apabila kapas berwarna kuning, menunjukkan adanya zat warna naftoat.

   – Keringkan kapas di udara, kemudian amati dengan sinar ultra lembayung. Apabila terlihat fluoresensi kuning menunjukkan adanya zat warna naftoat.

3.6.3 Cara uji zat warna golongan II

Zat warna golongan II mudah larut dalam air

3.6.3.1 Zat warna krom

1. Amati hasil uji pencucian
   Zat warna krom luntur sedikit dalam uji pencucian. Dalam suasana asam mencelup kembali serat-serat poliamida, sutera, wol dan poliarilat dengan warna yang berbeda dengan contoh uji. Dalam suasana alkali tidak mencelup semua jenis serat.
2. Amati hasil uji abu
   Abu contoh uji mengandung krom.
3. Amati hasil uji piridina
   Zat warna krom luntur sedikit dalam larutan campuran piridina dan air dengan warna yang berbeda dari contoh uji.
4. Amati hasil uji toluena
   Zat warna krom akan terdapat dalam lapisan air atau terjadi pewarnaan dalam lapisan air disertai penodaan dalam lapisan toluena dengan warna yang berbeda dari contoh uji. Kemudian lakukan langkah-langkah sebagai berikut :

   — Pisahkan lapisan air dari lapisan toluena. Tuangkan ekstrak air ke dalam tabung reaksi, kemudian masukkan bahan wol ke dalam tabung reaksi dan didihkan.
   — Apabila wol tercelup dengan warna berbeda dari contoh uji, dan pada uji abu zat warna mengandung krom, maka zat warna tersebut adalah zat warna krom.

3.6.3.2 Zat warna kompleks logam (pencelupan asam)

1. Zat warna kompleks logam (pencelupan asam) luntur banyak dalam uji pencucian. Zat warna kompleks logam 1 : 2 yang mengandung gugus sulfon (pencelupan asam), dalam suasana asam akan mencelup kembali serat-serat poliamida, wol, dan sutera dengan warna tua, sedang serat poliakrilat tercelup dengan warna muda, dalam suasana alkali mencelup serat-serat poliamida, wol dan poliakrilat.

   Zat warna kompleks logam 1 : 1 yang mengandung gugus sulfon (pencelupan asam), dalam suasana asam mencelup serat-serat poliamida, wol, sutera dan poliakrilat dengan warna muda dan tidak mencelup semua serat dalam suasana alkali.

2. Amati hasil uji abu
   Apabila abu contoh uji mengandung krom, kobal atau manggan menunjukkan zat warna kompleks logam 1 : 1 atau 1 : 2 yang mengandung gugus sulfon (pencelupan asam). Apabila abu contoh uji selalu hanya mengandung krom menunjukkan zat warna kompleks logam 1 : 1 yang mengandung gugus sulfon (pencelupan asam). Sedang zat warna kompleks logam 1 : 2 dapat mengandung krom kobal atau manggan.

3. Amati hasil uji piridina
   Zat warna kompleks logam pencelupan asam luntur banyak dengan lambat dalam larutan campuran piridina dan air. Warna larutan sama dengan warna contoh uji.
4. Amati hasil uji toluena
   Zat warna larut dalam lapisan air, tanpa mewarnai lapisan toluena. kemudian lakukan langkah-langkah sebagai berikut :
   – Pisahkan lapisan air dari lapisan toluena. Tuangkan ekstrak air ke dalam tabung reaksi, dan masukkan bahan wol, didihkan. Apabila wol tercelup seperti warna contoh uji, maka zat warna tersebut adalah warna kompleks logam (pencelupan asam).

3.6.3.3 Zat warna direk

1. Amati hasil uji pencucian
   Zat warna direk luntur banyak dalam uji pencucian. Dalam suasana asam mencelup kembali serat-serat poliamida, sutera, wol dan poliakrilat dengan warna tua, sedang serat-serat rayon dan kapas tercelup dengan warna muda; dalam suasana alkali mencelup kembali serat-serat kapas dan rayon dengan warna tua, dan serat poliamida dengan warna muda.
2. Amati hasil uji piridina
   Zat warna direk luntur dengan cepat dalam larutan campuran piridina dan air.
3. Amati hasil uji toluena
   Zat warna direk akan terdapat dalam lapisan air. Kemudian lakukan langkah-langkah sebagai berikut :
   – Pisahkan lapisan air dari lapisan toluena
   – Tuangkan ekstrak air ke dalam tabung reaksi kemudian tambahkan 5 – 10 mg kapas putih, amonium klorida dan satu tetes amonia pekat.
   – Didihkan larutan selama 1 – 2 menit kemudian dinginkan. Apabila kapas tercelup seperti warna contoh uji, hal ini menunjukkan adanya zat warna direk.

3.6.3.4 Zat warna basa

1. Amati hasil uji pencucian
   Zat warna basa luntur dengan cepat pada uji pencucian. Dalam suasana asam mencelup kembali serat-serat wol, sutera dan poliakrilat dengan warna tua, dan menodai serat-serat lain; dalam suasana alkali mencelup kembali serat-serat wol dan sutera dengan warna tua, dan menodai serat-serat lain.
2. Amati hasil uji piridina
   Zat warna basa luntur banyak dalam larutan campuran piridina dan air.
3. Lakukan uji toluena pada larutan ekstrak piridina menurut 3.6.1.4. Tambahkan larutan natrium hidroksida 10% ke dalam ekstrak larutan toluena air, sehingga lapisan air bersifat alkali, kemudian kocok. Zat

warna basa yang bersifat alkali menjadi tidak berwarna atau berubah warnanya dan akan berpindah dari lapisan air ke dalam lapisan toluena. Kemudian lakukan pengerjaan sebagai berikut :

— Tuangkan ekstrak toluena ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan asam asetat 10% dan kocok. Apabila warna contoh timbul kembali, menunjukkan adanya zat warna basa.

3.6.3.5 Zat warna asam

1l Amati uji pencucian
Zat warna asam luntur dalam uji pencucian
Dalam suasana asam mencelup kembali serat poliamida, wol dan sutera dengan warna tua, sedang serat rayon dan kapas tercelup dengan warna muda, dalam suasana alkali juga mencelup kembali serat wol, sutera, kapas dan rayon dengan warna muda.

2. Amati hasil uji piridina
Zat warna asam luntur dengan cepat dalam larutan campuran piridina dan air.

3. Amati hasil uji toluena
Zat warna asam akan terdapat dalam lapisan air. Kemudian lakukan pengerjaan sebagai berikut :
— Pisahkan lapisan air dari lapisan toluena. Tuangkan ekstrak air ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan 3 — 4 tetes asam asetat dan 5 — 10 mg wol. Kemudian didihkan selama 2 menit.
Apabila wol tercelup menunjukkan warna asam.

37. Laporan

Laporan mencakup hal-hal sebagai berikut :

3.7.1 Standar cara uji yang digunakan.

3.7.2 Jenis uji yang dilakukan dan hasilnya.

3.7.3 Kesimpulan tentang jenis zat warna pada serat poliamida (nilon).